

①⑨ RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

①① N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 985 735

②① N° d'enregistrement national : **12 50511**

⑤① Int Cl⁸ : **C 10 L 5/44** (2013.01), C 08 J 3/12

⑫

BREVET D'INVENTION

B1

⑤④ CARBURANT SOLIDE SOUS FORME D'UNE POUDRE COMPRENANT UN CONSTITUANT LIGNOCELLULOSIQUE.

②② Date de dépôt : 18.01.12.

③③ Priorité :

⑥⑥ Références à d'autres documents nationaux apparentés :

○ Demande(s) d'extension :

⑦① Demandeur(s) : CENTRE DE COOPERATION INTERNATIONALE EN RECHERCHE AGRONOMIQUE POUR LE DEVELOPPEMENT (CIRAD) et INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE — FR.

④③ Date de mise à la disposition du public de la demande : 19.07.13 Bulletin 13/29.

④⑤ Date de la mise à disposition du public du brevet d'invention : 12.09.14 Bulletin 14/37.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de recherche :

Se reporter à la fin du présent fascicule

⑦② Inventeur(s) : PIRIOU BRUNO, ROUAU XAVIER et VAITILINGOM GILLES.

⑦③ Titulaire(s) : CENTRE DE COOPERATION INTERNATIONALE EN RECHERCHE AGRONOMIQUE POUR LE DEVELOPPEMENT (CIRAD), INSTITUT NATIONAL DE LA RECHERCHE AGRONOMIQUE.

⑦④ Mandataire(s) : CABINET ORES Société anonyme.

FR 2 985 735 - B1



CARBURANT SOLIDE SOUS FORME D'UNE POUDRE COMPRENANT UN CONSTITUANT LIGNOCELLULOSIQUE

La présente invention se rapporte à un carburant solide, sous forme d'une poudre, comprenant au moins un constituant lignocellulosique sous forme d'une
5 poudre.

La présente invention se rapporte également au procédé de préparation dudit constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre, ainsi que son utilisation pour la fabrication d'un carburant solide destiné à un moteur à combustion interne ou à un brûleur.

10 L'invention a, en outre, pour objet un procédé de production d'énergie mettant en œuvre le carburant solide selon l'invention.

Par le passé, de nombreux travaux ont porté sur le développement de carburants alternatifs pour moteur à combustion interne (MCI) pour pallier aux difficultés d'approvisionnement en pétrole lors de la seconde guerre mondiale ou lors
15 des chocs pétroliers des années 1970.

Outre la perspective d'une crise des ressources en hydrocarbures fossiles, le dérèglement climatique a conduit les scientifiques à s'intéresser de plus en plus à l'énergie tirée de la biomasse.

Les technologies développées pour la production de carburants de
20 remplacement aux produits pétroliers et gaziers, pour l'usage en moteur ou brûleur, ont très majoritairement concerné la production de carburants liquides ou gazeux, ces derniers ne nécessitant que peu ou pas de modification des moteurs type essence ou diesel déjà existants sur le marché mondial. Ces technologies peuvent se révéler coûteuses et complexes.

25 A cela s'ajoutent les problèmes liés au stockage et/ou au transport de ces carburants.

L'utilisation d'un carburant solide est une alternative intéressante. Ainsi, l'utilisation de charbon d'origine minière comme carburant solide pour moteur à combustion interne, a fait l'objet de diverses études, en grande partie du fait de sa
30 disponibilité dans le monde. Compte tenu des difficultés à maintenir une suspension homogène de poussière de charbon dans l'air (agglomération, blocage), les travaux menés à partir de la seconde guerre mondiale se sont focalisés sur les mélanges

charbon minéral/gazole et charbon minéral/cau, dont l'écoulement, et donc l'alimentation, au moteur sont plus aisément contrôlables. Ce choix technologique a permis d'alléger les contraintes occasionnées par les poudres sèches. En revanche, l'ajout d'une étape de production du mélange (ou slurry) au procédé a réduit l'intérêt économique présenté par l'utilisation directe d'un combustible solide brut broyé par rapport aux carburants de synthèse liquides ou gazeux, obtenus via des procédés coûteux et complexes de conversion thermochimique ou biochimique. Par ailleurs, les travaux de Bell S. R. et al. (Fuel, vol. 67, pages 474-481, 1988) concluent que les mélanges ou slurry à base de charbon ne permettent pas une utilisation à haut régime des moteurs, limitant le champ de leurs applications.

Compte tenu de la composition et des propriétés des poudres végétales, la possibilité d'utiliser directement la biomasse, notamment la biomasse lignocellulosique, en moteur ou en brûleur, sous forme de poudre fine, offre une alternative intéressante au charbon minéral. En effet, au contraire du charbon minéral utilisé par le passé, la teneur des matériaux lignocellulosiques en composés minéraux abrasifs est relativement faible, et leur volatilité bien plus importante. Ainsi, l'utilisation de matériaux lignocellulosiques peut réduire les contraintes occasionnées dans un moteur par l'utilisation du charbon sous forme de poudre.

L'utilisation des matériaux cellulotiques permettrait, en particulier, la réduction de l'usure du moteur et l'augmentation de la vitesse et de la qualité de la combustion.

En outre, le caractère explosif des poudres végétales est connu de longue date (Amyotte P.R. et al. Journal of Chemical Health and Safety, pages 15-28, 2010). De nombreux accidents survenus dans les industries agroalimentaires (silos à farine, etc.) et de découpe du bois (sciures) ont conduit à un grand nombre d'études décrivant les phénomènes d'explosion liés (Abbasi T. et al, Journal of Hazardous Materials, 140, pages 7-44, 2007). Le caractère explosif de ces poudres peut être avantageux et intéressant pour leur utilisation dans un moteur, s'il est maîtrisé.

Des travaux concernant l'usage de biomasse sous forme de poudre sèche en moteur à combustion interne ont été récemment décrits.

WO 01/98438 décrit un carburant solide contenant majoritairement au moins un constituant, qui contient principalement au moins un composé sélectionné dans le groupe constitué par l'amidon, le lactose, la cellulose et au moins 15 % en poids de glucides par rapport au poids total du (des) constituant(s) étant sous forme d'une

5 poudre dont le diamètre moyen et le diamètre médian des particules sont supérieurs ou égaux à 150 μm , de préférence entre 150 et 500 μm . Les poudres exemplifiées sont la poudre de chocolat déshydratée, la poudre de lait déshydraté, et la fraction de remoulage d'une farine de blé. Les poudres décrites dans cette demande présentent l'inconvénient d'entrer en concurrence avec la filière alimentaire. Par ailleurs, ne

10 pouvant pas fonctionner dans les conditions d'autoallumage, les poudres décrites dans cette demande ne peuvent constituer une solution adaptée à de nombreuses applications moteur.

WO 2008/063549 décrit des carburants, sous forme d'une poudre de biomasse ayant une distribution granulométrique relativement hétérogène, à savoir,

15 moins de 5% en poids des particules ont une taille supérieure ou égale à 74 μm et au moins 25% en poids, une taille inférieure à 44 μm . La distribution granulométrique des poudres dans ce document varie selon l'origine de la biomasse. Par exemple, dans le cas de particules de bois, moins de 5% en poids des particules ont une taille supérieure ou égale à 177 μm et au moins 30% en poids, une taille inférieure à 74 μm .

20 Dans le cas de particules de biomasse résineuse, moins de 5% en poids des particules ont une taille supérieure ou égale à 297 μm , moins de 15% en poids des particules ont une taille supérieure ou égale à 177 μm et au moins 20% en poids, une taille inférieure à 74 μm . Avec une poudre issue de la biomasse herbacée, moins de 5% en poids des particules ont une taille supérieure ou égale à 74 μm , au moins 65% en poids des

25 particules ont une taille inférieure à 44 μm , et au moins 25% en poids des particules ont une taille inférieure à 37 μm . L'hétérogénéité de la distribution granulométrique des poudres dans ce document peut s'avérer préjudiciable à une bonne conversion de ces poudres en énergie, à une qualité de combustion adaptée au fonctionnement d'un moteur.

30 WO 2009/158709 décrit des méthodes de préparation de poudres de biomasse lignocellulosique destinées à une utilisation en combustion. Selon le niveau d'énergie

et d'explosibilité souhaité pour le carburant, les poudres ont des distributions granulométriques plus ou moins hétérogènes. Par exemple, pour un combustible de chauffage, 5% en poids des particules ont une taille supérieure ou égale à 177 μm et 15% en poids des particules ont une taille inférieure à 74 μm . Pour un carburant explosible, au moins 5% des particules ont une taille supérieure ou égale à 74 μm et au moins 25% en poids, une taille inférieure à 44 μm . Dans le cas d'un carburant de très haute énergie et très explosible, au moins 50% des particules possèdent une taille inférieure à 44 μm et au moins 15% en poids, une taille inférieure à 37 μm . Sur la base de ce document, il apparaît donc que plus la taille des particules est petite et moins la distribution granulométrique est hétérogène, plus les particules de biomasse ont une énergie et une explosivité élevée. Toutefois, une explosivité élevée, en particulier lorsqu'elle n'est pas maîtrisée, ne se traduit pas forcément en une bonne conversion des poudres en énergie et donc une combustion adéquate pour le bon fonctionnement du moteur.

Il existe donc un réel besoin d'un carburant solide, sous la forme d'une poudre, palliant les inconvénients de l'art antérieur.

En particulier, il existe un réel besoin pour développer un carburant solide, sous forme d'une poudre issue de la biomasse, destiné à un moteur à combustion interne ou à un brûleur,

- qui permette une conversion complète et/ou rapide de la poudre,
- qui permette un meilleur contrôle des risques liés à la forte explosivité de ces poudres,
- qui présente de meilleures caractéristiques rhéologiques, facilitant l'acheminement du carburant dans la chambre de combustion ainsi qu'une meilleure homogénéité du nuage explosif formé dans la chambre de combustion,
- qui permette de réduire les contraintes occasionnées par l'utilisation d'un carburant, sec, sous forme de poudre dans un moteur, comme, par exemple, les contraintes liées à l'alimentation, à la combustion incomplète du carburant, à l'usure des équipements d'alimentation (pompe, injecteur) et des pièces mobiles en contact avec le carburant ou avec ses résidus de combustion,
- qui puisse être facilement transporté et/ou stocké, et/ou

- qui puisse être obtenu par des procédés peu coûteux et simples qui n'impliquent pas de conversion thermochimique ou biochimique complexe.

La présente invention a précisément pour but de répondre à ces besoins en fournissant un carburant solide, sous forme d'une poudre, caractérisé en ce qu'il
5 comprend au moins un constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre (P) dont :

- le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 35 μm , de préférence compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , bornes incluses, et
- 10 - le taux d'humidité des particules de la poudre (P) est d'au plus 15% en masse, de préférence d'au plus 10% en masse, plus préférentiellement inférieur ou égal à 5% en masse, encore plus préférentiellement inférieur ou égal à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

Du fait de la petite taille des particules de la poudre (P), de leur distribution
15 granulométrique homogène et de leur taux d'humidité, la vitesse de combustion du carburant selon l'invention est élevée, comparable à celle du gazole par exemple, occasionnant une production d'énergie et/ou un dégagement de chaleur également élevé et comparable à celui du gazole.

Les carburants solides selon l'invention permettent ainsi, un fonctionnement
20 à haut régime de rotation des moteurs.

Par ailleurs, les caractéristiques des poudres (P), en particulier de taille (diamètre moyen et le diamètre médian) et de composition notamment l'humidité, permettent une conversion complète et/ou du carburant solide, sous forme de poudre.

Les caractéristiques rhéologiques améliorées de la poudre (P), permettent un
25 acheminement plus facile du carburant solide pulvérulent selon l'invention dans la chambre de combustion ainsi qu'une meilleure homogénéité du nuage explosif formé dans la chambre de combustion.

En outre, les caractéristiques des poudres (P), en particulier de taille (diamètre moyen et le diamètre médian) et de composition notamment l'humidité,
30 permettent une compaction importante du carburant solide pulvérulent selon l'invention permettant de diminuer l'espace nécessaire au stockage de celui-ci.

De plus, l'utilisation de lignocellulose comme carburant moteur présente l'avantage que le CO₂ produit ne constitue pas un excédent environnemental, au contraire de celui qui est rejeté par l'utilisation de carburants fossiles.

De plus, le procédé de fabrication de la poudre (P) selon l'invention, permet
5 de rester dans une filière « voie sèche », présentant ainsi l'avantage de ne pas générer d'effluents.

Ces avantages constituent autant de facteurs favorables à l'utilisation de poudres lignocellulosiques (P) selon l'invention, en moteur à combustion interne ou en brûleur.

10 Dans le cadre de la présente invention, par constituant lignocellulosique, on entend une biomasse d'origine végétale, composée de lignine, d'hémicellulose et de cellulose en proportions variables. Le terme « origine végétale » comprend tous les composés produits par des organismes végétaux vivants.

Le constituant lignocellulosique de l'invention utilisable dans le cadre de
15 l'invention peut provenir des herbacés, des algues, des microalgues, des pailles de céréales, du bois, du bois issu de culture à des fins énergétiques, du bois issu de déchets (menuiserie, construction, etc.), des autres déchets d'origine agricole (noyaux d'olives, balle de riz, etc.), des déchets de papeterie, des déchets d'emballage bois et carton.

20 De préférence, le constituant lignocellulosique de l'invention, est issu de pailles de céréales, en particulier, de la paille de blé, de la paille d'orge, de la paille d'avoine, de la paille de seigle, de la paille de riz, et de toute autre paille. L'un des avantages de cette typologie de produits est de ne pas entrer en concurrence avec les cultures à but alimentaire, puisque la plante offre à la fois un usage alimentaire
25 (farines contenues dans la graine) et un usage à des fins énergétiques.

Ainsi, le carburant selon l'invention comprend au moins un constituant lignocellulosique qui contient :

- au plus 100% en masse de lignine, par rapport à la masse totale de la poudre (P),
- 30 - au plus 100% en masse de cellulose, par rapport à la masse totale de la poudre (P), et

- au plus 100% en masse d'hémicellulose, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

La cellulose peut être sous ses différentes formes : microcristalline et/ou amorphe.

5 Les diamètres moyens et médians (d_{50}) des constituants lignocellulosiques de l'invention ont été mesurés par la méthode de mesure de granulométrie laser avec un appareil Mastersizer 2000 de la société Malvern.

Le diamètre moyen est le diamètre calculé par le logiciel de l'appareil et est représentatif du diamètre que les particules, dont la taille est mesurée, ont, en
10 moyenne.

Le diamètre médian (d_{50}) correspond à la taille des particules à laquelle 50% en masse des particules constituant la poudre (P) et dont la taille est mesurée, ont une taille inférieure, et 50% en masse des particules constituant la poudre (P) et dont la taille est mesurée, ont une taille supérieure.

15 Plus le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont proches, plus la poudre dont la taille des particules est mesurée, est homogène en taille.

En effet, la distribution granulométrique de la poudre (P) constituant le carburant de l'invention, est également un critère important.

Avantageusement, dans la présente invention, la distribution granulométrique
20 de la taille des particules de la poudre (P) est étroite, c'est-à-dire que le carburant selon l'invention contient le moins possible de populations granulométriques différentes. Cela signifie que, dans le carburant selon l'invention, plus de 70% en masse, de préférence 80% en masse, plus préférentiellement 90% en masse de la poudre (P) est constitué de particules ayant un diamètre moyen et un diamètre médian
25 (d_{50}) inférieurs ou égaux à 35 μm , de préférence compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm .

Comme déjà indiqué, le taux d'humidité est une autre caractéristique importante de la poudre (P).

Au sens de l'invention, par taux d'humidité on entend la quantité d'eau
30 exprimée en pourcentage en masse d'eau, présent dans les particules de la poudre (P). Il est déterminé par la norme AFNOR XP CEN/TS 14774-3.

Comme déjà indiqué, le taux d'humidité des particules de la poudre (P) est d'au plus 15% en masse, de préférence d'au plus 10% en masse, plus préférentiellement inférieur ou égal à 5% en masse, encore plus préférentiellement inférieur ou égal à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

5 Un autre avantage du carburant solide de l'invention est sa faible teneur en matières minérales, générant ainsi une faible teneur en cendres. Ainsi, le carburant solide selon l'invention, est caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) produit, après combustion, au plus 10 % en masse de cendres, de préférence entre 0 et 10% en masse de cendres, plus préférentiellement entre 0 et 5%
10 en masse, encore plus préférentiellement entre 0 et 1% en masse, bornes incluses, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

Au sens de l'invention, par « cendres » on entend les résidus basiques inorganiques obtenus par combustion complète du carburant solide selon l'invention.

La composition des cendres varie selon de nombreux paramètres, qui
15 dépendent essentiellement des espèces végétales brûlées, des parties des plantes (écorce, tronc, ou jeunes branches par exemple), de la nature du sol, ainsi que de la période de l'année durant laquelle ces plantes ont été récoltées. Dans le cadre de l'invention, les cendres comprennent majoritairement, par exemple, de l'oxyde de calcium, de la potasse, de la soude, de l'oxyde de magnésium, de la silice, de
20 l'alumine, de l'oxyde de fer, de l'oxyde de manganèse. Parmi les composés inorganiques présents, la silice et l'alumine sont les composés les plus abrasifs. De préférence, le carburant solide selon l'invention, est caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) contient, après combustion, au plus 3% en masse d'alumine, plus préférentiellement entre 0 et 3% en masse, encore
25 plus préférentiellement entre 0 et de 1% en masse, par rapport à la masse totale initiale de la poudre (P). En ce qui concerne le taux de silice, le carburant solide selon l'invention est caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) contient, après combustion, au plus 3% en masse de silice, de préférence entre 0 et 3% en masse, plus préférentiellement entre 0 et 1% en masse, par rapport à
30 la masse totale initiale de la poudre (P).

Les cendres résultent de la combustion du constituant lignocellulosique de l'invention, conduisant à l'oxydation des éléments minéraux contenus dans les

composés lignocellulosiques. Leur taux est déterminé par la norme AFNOR XP CEN/TS 14775.

La faible teneur en cendres, notamment en silice et en alumine, réduit l'usure des équipements d'alimentation (pompe, injecteur) et des pièces mobiles en contact avec le combustible ou avec ses résidus de combustion ; elle permet également un meilleur contrôle des risques liés à la forte explosivité de ces poudres. Cela conduit à une combustion satisfaisante du carburant, adaptée au fonctionnement d'un moteur à combustion interne et/ou d'un brûleur.

L'une des caractéristiques avantageuses du carburant solide de l'invention est la forte teneur en matières volatiles émises par le carburant en début de combustion.

Dans le cadre de l'invention, par « matières volatiles », on entend les composés gazeux, condensables ou non, qui sont émis par le constituant lignocellulosique de la poudre (P) au cours de sa combustion, en particulier au début de sa combustion. Le début de la combustion est généralement indiqué par le premier dégagement de chaleur mesurable. Les matières volatiles sont le plus souvent des hydrocarbures, de l'hydrogène, du monoxyde de carbone, du dioxyde de carbone, des oxydes d'azote etc. Selon la composition du constituant lignocellulosique de la poudre (P), le taux de matières volatiles dégagé peut varier. Selon la composition du constituant lignocellulosique de la poudre (P), le dégagement des volatiles peut débuter à différentes températures. Plus basse est cette température, plus tôt débute la combustion.

De préférence, le carburant selon l'invention est caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) émet, sous forme de volatiles, au moins 50 % en masse, de préférence entre 50 et 70 % en masse, plus préférentiellement entre 70 et 80 % en masse, encore plus préférentiellement entre 80 et 100 % en masse de volatiles, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

Le taux de matières volatiles dégagé est, en général, déterminé par l'indice de matières volatiles. Cet indice désigne la fraction de matière organique volatilisée suivant la norme AFNOR XP CEN/TS 15148.

Le fort taux en matières volatiles permet d'améliorer la qualité et le déroulement de la combustion. Plus il y a de volatiles, moins il y a de résidus solides carbonés (le charbon), lesquels brûlent plus lentement que les volatiles. En

conséquence, plus le taux de volatiles est important, plus grande est la part du carburant originel susceptible de brûler rapidement.

L'invention a également pour objet un procédé de préparation d'un constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre (P) dont :

- 5 - le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 35 μm , de préférence compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , bornes incluses, et
- le taux d'humidité des particules (P) est d'au plus 15% en masse, de préférence d'au plus 10% en masse, plus préférentiellement inférieur ou égal
- 10 à 5% en masse, encore plus préférentiellement inférieur ou égal à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre (P),

à partir de pailles de céréales, comprenant au moins une étape de broyage de paille de céréales et éventuellement au moins une étape de séchage.

Le nombre d'étapes de broyage dépendra, par exemple, de la nature du
15 constituant lignocellulosique à broyer, de la granulométrie de la poudre (P) que l'on souhaite obtenir, du type de broyeur utilisé et donc de l'efficacité du broyage.

Selon une variante de l'invention, le procédé de préparation d'un constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre (P) comprend les étapes suivantes :

- (i) une première étape de broyage de paille de céréales permettant d'obtenir
- 20 une poudre (A) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont supérieurs à 0 et vont jusqu'à 3000 μm , de préférence entre 200 et 3000 μm , plus préférentiellement entre 200 et 2000 μm ;
- (ii) une deuxième étape de broyage de la poudre (A), permettant d'obtenir une
- 25 poudre (B) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 150 μm , de préférence inférieurs ou égaux à 135 μm ;
- (iii) une troisième étape de broyage de la poudre (B) issue de l'étape (ii)
- 30 permettant d'obtenir une poudre (P) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 35 μm , de préférence compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm .

Une étape de séchage peut être mise en œuvre avant l'étape (iii), après l'étape (iii), ou avant et après l'étape (iii).

Au cours de l'étape (i) du procédé, la paille de céréales brute peut être broyée par tout type de broyeur permettant de descendre à une granulométrie supérieurs à 0 et
5 pouvant aller jusqu'à 3000 μm , de préférence entre 200 et 3000 μm , plus préférentiellement entre 200 et 2000 μm , comme par exemple, un broyeur à couteaux ou à marteaux. Le broyeur à couteaux peut être de la marque RETSCH®.

La poudre (A), issue de l'étape (i), peut être soumise directement à une deuxième étape de broyage (étape (ii)).

10 De préférence, préalablement à l'étape (ii), les particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 200 μm sont éliminées de la poudre (A). L'élimination de ces particules peut être effectuée par tout moyen de séparation, par exemple, par tamisage et/ou par un procédé de tri comme par exemple un procédé de tri électrostatique (permettant de trier les particules selon leur nature
15 chimique), un procédé de tri par turboséparation (permettant de séparer les particules au moyen d'un flux d'air). La fraction dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 200 μm , correspond à la partie externe de la tige qui est, en général, plus facilement réduite car plus riche en minéraux. Son élimination permet de réduire, par exemple, le taux de cendres.

20 La poudre (A) issue directement de l'étape (i), ou après l'étape de séparation, est soumise à une deuxième étape de broyage (ii). Cette étape peut se réaliser à l'aide d'un broyeur à palettes, par exemple, comme celui de la marque HOSOKAWA modèle Alpine 100 UPZ tournant à 18000 tours/minute et avec un débit d'introduction de la paille issue de l'étape (i) de 1 kg/h. Cette étape permet d'obtenir une poudre (B)
25 dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 150 μm , de préférence inférieurs ou égaux à 135 μm .

A l'issue de l'étape (ii) et préalablement à l'étape (iii), les particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 20 μm peuvent éventuellement être éliminées de la poudre (B). L'élimination de ces particules peut
30 être effectuée par tout moyen de séparation, par exemple, par tamisage et/ou par un procédé de tri comme décrit précédemment. La poudre (B) peut éventuellement être

soumise à un tri dans le but d'obtenir une fraction plus ou moins riche en lignine et/ou en cellulose.

La poudre (B) issue de l'étape (ii), peut ensuite être séchée à une température comprise entre 30 et 120°C, de préférence entre 50 et 100°C. La durée de séchage
5 peut être de 2 à 72 heures, de préférence de 4 à 48 heures. A l'issue de cette étape de séchage, la poudre (B) présente un taux d'humidité inférieur à 10% en masse, de préférence inférieur à 5% en masse, encore plus préférentiellement inférieur ou égal à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre.

La poudre (B) est ensuite soumise à une troisième étape de broyage (étape
10 (iii)) pour obtenir une poudre (P) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 35 μm , de préférence compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm . Cette étape peut se réaliser par une technique de broyage lent, par exemple, au moyen d'un broyeur à boulets tel que représenté en Figure 1, ou par une technique de broyage rapide, par exemple, au
15 moyen d'un broyeur à jet d'air tel que représenté en Figure 2.

Comme représenté en Figure 1, le broyeur à boulets comprend une jarre 1 contenant des boulets en céramique 2 et le produit à broyer 3. La jarre 1 est mise en rotation dans le sens de la flèche. Les chocs occasionnés 7 par les boulets 2 provoquent la réduction granulométrique du produit 3. L'ajout de la ligne pointillée
20 représente la trajectoire des boulets.

Le broyeur à jet d'air, comme représenté en Figure 2, projette à très haute vitesse et les unes contre les autres, les particules à broyer 3. Les collisions entre les particules sont représentées par la flèche 9. L'air comprimé est injecté dans la chambre de broyage 5 via les buses 6. Les particules à broyer 3 sont introduites au moyen du
25 conduit d'alimentation 4. Dans la chambre de broyage 5, les particules 3 sont fluidisées. Ensuite les particules accélérées se mélangent au point de convergence où de nombreux jets d'air se mêlent également les uns aux autres. Les collisions inter-particulaires génèrent des particules ultra-fines.

Ces méthodes de broyage sont bien connues de l'homme du métier.

30 Dans le cas du broyeur à boulets, la durée de cette opération de broyage peut être adaptée à la granulométrie finale recherchée. La durée de l'étape de broyage (iii)

peut être comprise entre 1 à 240 heures, de préférence entre 12 et 216 heures, et encore plus préférentiellement entre 48 et 216 heures.

La température de broyage à cette étape, est avantageusement inférieure ou égale à 25°C, de préférence entre -10 et 15°C. Ces gammes de températures favorisent
5 le broyage de la poudre (B) car à ces températures, les fibres lignocellulosiques sont rigides et donc plus fragiles.

Le broyage de la poudre (B) peut encore être favorisé en effectuant le broyage en présence de composés qui fragilisent ladite poudre. Toujours dans le but de favoriser le broyage de la poudre (B), ladite poudre peut être soumise à un
10 traitement acide ou basique préalablement au broyage ou durant le broyage.

Afin de limiter l'exposition de la poudre obtenue (poudre (P)) à l'humidité et/ou à l'air ambiant, la troisième étape de broyage (iii) peut être réalisée, de préférence, sous une atmosphère inerte, par exemple sous argon, azote et/ou CO₂.

Comme indiqué, une étape de séchage peut être mise en œuvre avant l'étape
15 (iii), après l'étape (iii), ou avant et après l'étape (iii).

Le séchage, qu'il intervienne avant et/ou après l'étape (iii), est réalisé à une température comprise entre 30 et 120°C, de préférence entre 50 et 100°C. Le séchage peut être réalisé pendant 2 à 72 heures, de préférence pendant 4 à 48 heures.

Avantageusement, selon cette variante, le procédé de l'invention, satisfait à
20 au moins l'une des conditions suivantes :

- le séchage avant et/ou après l'étape (iii), est réalisé à une température comprise entre 30 et 120°C, de préférence entre 50 et 100°C,
- le séchage avant et/ou après l'étape (iii), est réalisé pendant de 2 à 72 heures, de préférence de 4 à 48 heures,
- 25 - à l'issue du séchage avant l'étape (iii), la poudre (B) présente un taux d'humidité inférieur à 10% en masse, de préférence inférieur à 5% en masse, plus préférentiellement inférieur à 2% en masse, par rapport à la masse totale de la poudre,
- la durée de la troisième étape de broyage (iii) est comprise entre 1 à 240
30 heures, de préférence entre 12 et 216 heures, et plus préférentiellement entre 48 et 216 heures,

- la troisième étape de broyage (iii) est réalisée à une température inférieure ou égale à 25°C, de préférence entre -10 et 15°C,
- la troisième étape de broyage (iii) est réalisée sous une atmosphère inerte qui peut être constituée d'argon, d'azote et/ou de CO₂,
- 5 - préalablement à l'étape (ii), les particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 200 μm sont éliminées de la poudre (A) par tamisage et/ou par un procédé de tri tel que décrit précédemment,
- préalablement à l'étape (iii), les particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 20 μm peuvent éventuellement être
- 10 éliminées de la poudre (B) par tamisage et/ou par un procédé de tri tel que décrit précédemment.

Avantageusement, un triage sélectif des particules issues de l'étape (iii), peut être opéré, par un procédé de tri tel que décrit précédemment, afin d'obtenir différentes populations de poudres en vue d'améliorer leur qualités en tant que

15 carburant moteur. Par exemple, une population de particules triées ayant une teneur en lignine supérieure et donc un pouvoir calorifique plus important pourra être sélectionnée.

Le procédé selon l'invention est simple et économique.

La poudre (P) obtenue selon le procédé de l'invention peut être utilisée

20 directement, sans autre transformation ou traitement, en tant que carburant.

L'invention a encore pour objet l'utilisation d'un constituant lignocellulosique sous la forme d'une poudre (P) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 35 μm , de préférence compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , obtenu selon le

25 procédé de l'invention, pour la fabrication d'un carburant solide destiné à un moteur à combustion interne.

Le carburant selon l'invention peut être utilisé seul ou en mélange avec d'autres carburants. Il peut être utilisé, par exemple, pour le fonctionnement des moteurs à combustion interne que ce soit à allumage commandé ou diesel, pour le

30 fonctionnement de turbines, de chaudières, des fours industriels mettant en jeu des brûleurs.

Il est à noter qu'avec les carburants selon l'invention, il est possible de substituer de manière extrêmement simple (envoi de poudre de paille par l'admission) une partie du gazole alimenté à un moteur diesel. Ceci sans modifier le moteur. Les problèmes relatifs à l'injection de la poudre ou du mélange (slurry) sont ainsi écartés, et il est tout de même possible d'atteindre les performances maximales des moteurs (comme celles obtenues avec les carburants liquides pétroliers classiques), tout en limitant considérablement la consommation de gazole.

Le carburant de l'invention est à utiliser seul, éventuellement en suspension, par exemple dans de l'air pour produire un mélange combustible. Dans ce cas, la proportion du carburant de l'invention dans un litre d'air peut alors être, par exemple, de 200 mg de carburant dans un litre d'air. Cette valeur est la concentration minimale d'allumage, et peut varier selon la composition du carburant considéré. Elle correspond à la valeur stoechiométrique conduisant à une combustion complète.

Les rejets produits lors de la combustion du carburant selon l'invention ne contiennent pas de plomb.

Les quantités de soufre rejetées par la combustion d'une poudre lignocellulosique sont considérablement limitées par rapport à un combustible fossile. En moyenne, elles peuvent être inférieures d'un facteur 10.

Le carburant selon l'invention peut être utilisé sans modification majeure des moteurs à combustion interne actuels.

Le carburant de l'invention comporte encore de nombreux avantages. Il est économiquement plus avantageux que les produits pétroliers raffinés et les gaz liquéfiés, il est disponible en abondance, c'est une source d'énergie indéfiniment renouvelable. Il est biodégradable, neutre pour l'effet de serre et facilement stockable.

En effet, bien que la composition des rejets de combustion du carburant de l'invention inclue le CO_2 comme les hydrocarbures liquides, la combustion du carburant de l'invention ne fait que restituer le CO_2 absorbé lors de la pousse des céréales dont le constituant lignocellulosique dudit carburant est issu, contrairement aux produits d'origine fossile qui déplacent massivement les réserves en carbone du sous-sol vers l'atmosphère.

S'agissant de pailles de céréales produisant des grains pour l'alimentation, la paille utilisée n'engendre pas de concurrence alimentaire en termes de disponibilité des terres.

De plus, la manipulation des carburants selon l'invention présente un danger minimal par rapport aux carburants standard pour l'être humain.

La présente invention concerne également un procédé de production d'énergie caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :

- a) introduire le carburant solide selon l'invention, sous forme d'une poudre, seul ou en mélange avec un gaz oxydant ou un combustible liquide pour former une suspension ;
- b) faire passer ledit carburant ou ladite suspension suivant un flux contrôlé auprès d'une source de combustion, et
- c) déclencher la combustion dudit carburant ou de ladite suspension et consommer le carburant solide, sous la forme d'une poudre, pour produire de l'énergie.

L'énergie produite par ce procédé est avantageusement de l'énergie thermique pouvant se prêter à tout mode de conversion.

Dans ce procédé, la proportion du carburant solide par rapport au gaz oxydant dans la suspension peut être, par exemple, 1 part de carburant solide pour 7 parts de gaz, en masse.

Dans ce procédé, par « flux contrôlé » on entend le débit du carburant solide sous forme de poudre. En modulant le débit du carburant solide, la production d'énergie peut être modulée.

D'autres avantages et caractéristiques de la présente invention pourront encore apparaître à la lecture des exemples ci-dessous donnés à titre illustratif et les figures annexées.

- La Figure 1 représente un schéma de principe du broyeur à boulets. Ce type de broyage consiste à mettre en rotation une jarre 1 contenant des boulets en céramique 2 et le produit à broyer 3. Les chocs occasionnés par les boulets provoquent la réduction granulométrique du produit.

- La Figure 2 représente un schéma de principe du broyeur à jet d'air. Ce type de broyage consiste à projeter à très haute vitesse et les unes contre les autres, les particules à broyer.

- La Figure 3 représente le déroulement des différentes étapes de la variante du procédé selon l'invention, telle que décrite dans l'Exemple 1.

- La Figure 4 représente les pressions comparées de la paille selon l'invention, du gazole et de celles obtenues en l'absence de carburant, mesurées dans le cylindre du moteur au cours du cycle de fonctionnement, à 790 tours/minute, 13 Nm' (en Joules/DV). La pression, exprimée en bar, est représentée en ordonnée et le déplacement du piston, exprimé en degrés vilebrequin (DV), est représenté en abscisse.

- La Figure 5 représente le taux de dégagement de chaleur (en ordonnée et exprimée en Joules/DV) calculé sur la base des cycles de pression obtenus en l'absence de carburant, avec injection de gazole et avec alimentation par l'admission de poudre de paille uniquement, le déplacement du piston, exprimé en degrés vilebrequin (DV), est représenté en abscisse.

- La Figure 6 représente les diagrammes de pression (en ordonnée et exprimée en bar) en fonction du volume (en abscisse et exprimé en m^3) obtenus pour le gazole et la paille selon l'invention à 790 tours/minute, 13 Nm.

EXEMPLES

EXEMPLE 1 : Procédé de préparation de poudres de paille selon l'invention

La paille de blé a été retenue comme une source de biomasse sèche intéressante en raison de sa grande disponibilité et de son caractère résiduel. La vitesse de combustion étant pilotée par la finesse du matériau, il s'est agi de broyer jusqu'à l'échelle du micron un lot de paille originaire de la région du Tarn (81430 Le Fraysse).

Les opérations de broyage de la paille de blé se sont déroulées en plusieurs étapes telles que représentées en Figure 3, à partir de la botte originelle. La paille a tout d'abord été broyée au broyeur à couteaux (RETSCH SM 100). Cette opération a permis de réduire la taille des particules et d'obtenir des particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont supérieurs à 0 et vont jusqu'à 2000 microns. Le taux de cendre a été réduit par tamisage, en éliminant la fraction inférieure à 200

microns, qui correspond à la partie externe de la tige, plus facilement réduite car plus riche en minéraux.

Lors d'une seconde étape de broyage, la paille a été alimentée dans un broyeur à palette HOSOKAWA Alpine 100 UPZ à température ambiante (environ
5 20°C). Cette opération a permis de diminuer la taille des particules jusqu'à la centaine de microns (le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50})).

Le produit obtenu, séché 48 h à 60°C, a ensuite servi de base aux opérations de broyage successives, il sera appelé « poudre B » par la suite. L'étape de séchage a été effectuée sous air, dans une étuve MEMMERT modèle 100-800.

10 Afin de pouvoir évaluer l'impact du type de broyage sur les qualités combustibles de la paille, deux technologies ont été confrontées : le broyage à boulets, lent mais relativement simple à mettre en œuvre, et le broyage à jet d'air, plus rapide et plus complexe.

Dans les deux cas, des particules de diamètre moyen et de diamètre médian
15 (d_{50}) de 10 et 20 microns ont été obtenues.

Broyeur à boulets

Ce type de broyage, représenté schématiquement en Figure 1, consiste à mettre en rotation une jarre 1 contenant des boulets 2 en céramique et le produit à broyer 3. Les chocs occasionnés par les boulets 2 provoquent la réduction
20 granulométrique du produit.

Le broyeur à boulets utilisé est le modèle Marne 0 n°55 distribué par la société FAURE.

Les opérations se sont déroulées en chambre froide, maintenue à 5°C. La jarre, contenant 1/3 de poudre B, 1/3 de boulets d'alumine et 1/3 d'air en volume a été
25 soumise à une rotation de 1 tour/seconde par tranches de 24 h, à l'issue desquelles un échantillon a été prélevé. Afin de minimiser l'exposition du produit à l'humidité de l'air ambiant lors des prélèvements, l'air a été remplacé par de l'argon ; l'autre effet étant de contrôler l'oxydation du produit.

L'opération de broyage se déroule comme suit : 1 kilogramme de poudre de
30 paille (B) est inséré dans une jarre en céramique de 8 litres en présence de 4 kilogrammes de boulets en alumine de 17 mm de diamètre et de 4 kilogrammes de boulets de diamètre 25 mm. Au bout de 48 heures, on change les boulets pour 4

kilogrammes de billes de diamètre 9 mm et 4 kilogrammes de billes de diamètre 7 mm. Ceci a pour effet d'optimiser le broyage en réduisant l'espace entre les boulets et donc en augmentant les chocs occasionnant le broyage.

A partir d'1 kilogramme de poudre B, une poudre dont les particules ont un diamètre moyen et un diamètre médian (d_{50}) de 20 microns, a été obtenue en 48 à 72 heures, et de 10 microns en 216 heures (soit 9 jours).

Broyeur à jet d'air

Ce type de broyage, représenté schématiquement en Figure 2, consiste à projeter à très haute vitesse et les unes contre les autres, les particules à broyer. Cette technologie offre l'avantage de ne pas influencer sur les caractéristiques chimiques du matériau.

Le broyeur à jet d'air utilisé est le modèle 100 AFG de la société HOSOKAWA Alpine.

Des particules ayant un diamètre moyen et un diamètre médian (d_{50}) de 20 microns ont été obtenues avec une vitesse d'alimentation de 700 g/heure environ (soit 20 tours/minute pour la trémie) et une vitesse de rotation du sélecteur de 6000 tours/minute.

Des particules ayant un diamètre moyen et un diamètre médian (d_{50}) de 10 microns ont été obtenues à 200 g/heure environ (soit 6 tours/minute pour la trémie) et le sélecteur réglé à 12000 tours/min.

Caractérisation des poudres

Les poudres de paille obtenues à l'issue de la deuxième étape de broyage (broyeur à palettes) et à l'issue de la troisième étape de broyage avec un broyeur à boulets (paille boulets-10 et paille boulets-20) et avec un broyeur à jet d'air (paille jet d'air-10 et paille jet d'air-20) ont été caractérisées, comparées entre elles et comparées avec des poudres végétales commerciales suivantes :

- la cellulose microcristalline (Serva-Electrophoresis), parties cristallines de la part cellulosique des fibres végétales, diamètre médian 23 microns (d_{50}) et peu dispersée ;

- l'alpha-cellulose (Sigma-Aldrich), partie amorphe de la part cellulosique des fibres végétales, reliant entre elles les zones cristallines, diamètre médian 65 microns (d_{50}) ;
- 5 • la lignine (Sigma-Aldrich), obtenue par procédé kraft, avec une teneur importante en sodium et environ 3 % de soufre, diamètre médian 100 microns (d_{50}) ;
- l'amidon de blé (Prolabo), grains quasi-sphériques, diamètre 23 microns (d_{50}) et peu dispersée ;
- 10 • l'amidon de maïs (Maïzena), grains sphériques, diamètre médian 20 microns (d_{50}).

Une poudre non commerciale a aussi été utilisée :

- Ultracarbofluid (résidu sec de charbon végétal utilisé en slurry) ; distribution granulométrique bimodale (probable agglomération de particules de diamètre médian (d_{50}) 18 microns en amas de 350 microns).

L'ensemble de ces poudres a fait l'objet des analyses suivantes :

- élémentaire (analyseur CHN -Thermo electron Flash EA 112)
- immédiate (normes biomasse humidité : AFNOR XP CEN/TS 14774-3 ; volatiles : AFNOR XP CEN/TS 15148 ; cendres : AFNOR XP CEN/TS 14775)
- 20 • analyse chimique des polysaccharides et lignines (HPLC, GLC, Gravimétrie)
- analyse chimique des cendres (méthode Induction Coupled Plasma ou ICP - Varian détecteur CCD)
- 25 • granulométrique (Mastersizer 2000 – Malvern)
- thermogravimétrique (Sartorius modifiée)
- surface spécifique (méthode BET sur Tristar 3000 - Micromeritics)

Les résultats de ces analyses sont reportés dans le tableau 1 suivant. Ces résultats montrent clairement que les poudres de paille de l'invention :

- 30 - présentent une distribution granulométrie réduite, favorable à une combustion rapide et homogène adaptée aux moteurs ;

- présentent un fort taux de volatiles par rapport aux charbons minéraux connus, favorisant ainsi une combustion rapide ;
- dont la teneur en cendres est réduite par rapport aux charbons minéraux connus, ce qui entraîne un faible taux d'usure du système de combustion considéré.

5

Conclusion

Les poudres carburant selon l'invention n'entrent pas en concurrence avec la filière alimentaire en termes d'utilisation des terres agricoles.

10 Les poudres carburant selon l'invention occasionnent une usure inférieure des systèmes utilisés pour leur conversion en énergie, au contraire des poudres de charbon, utilisées par le passé.

Contrairement aux poudres de charbon, les poudres carburant selon l'invention permettent un meilleur contrôle des risques liés à leur manipulation grâce à leurs propriétés rhéologiques particulières.

15 Les poudres carburant selon l'invention permettent un stockage optimisé grâce à leurs propriétés granulométriques (faible dispersion et taille micronique), permettant leur compaction.

Contrairement aux poudres de charbon qui nécessitent une agitation pour leur maintien en suspension, les poudres carburant selon l'invention ne nécessitent pas de conditions de stockage avancées.

20

La production des poudres carburant selon l'invention ne nécessite pas d'importants coûts de mise en œuvre en vue de leur conversion en énergie.

La production des poudres carburant selon l'invention ne nécessite pas l'utilisation de technologies complexes de broyage.

25 La production des poudres carburant selon l'invention est, par conséquent possible à moindre coût, et de façon simple, ce qui étend le champ de leur utilisation aux pays en voie de développement et aux zones isolées quelles qu'elles soient, au contraire des carburants fossiles quels qu'ils soient, y compris des poudres de charbon.

La production par simple broyage en voie sèche des poudres carburant selon l'invention ne génère pas d'effluents liquides ou gazeux, impactant l'environnement.

30

La conversion en énergie des poudres carburant selon l'invention n'ajoute pas de CO₂ au bilan environnemental, au contraire des carburants fossiles quels qu'ils soient, y compris poudres de charbon.

5 La conversion en énergie des poudres carburant selon l'invention ne génère pas ou peu de composés soufrés, au contraire des carburants fossiles quels qu'ils soient, et en particulier des poudres de charbon.

La conversion en énergie des poudres carburant selon l'invention dans un moteur à combustion interne s'étend aux applications à haut régime et notamment les transports, au contraire des poudres de charbon.

10 La conversion en énergie des poudres carburant selon l'invention dans un moteur à combustion interne peut s'étendre aux applications de forte puissance, au contraire des poudres de charbon notamment en suspension.

Tableau I													
				Répartition granulométrique (µm)			Analyse élémentaire (en masse sur sec décendré)				Teneur en silice et alumine (en masse sur sec)		Surface spécifique (BET) en m ² .g ⁻¹
Produit	Humidité %masse sur brut	Volatiles % masse du brut	Taux de cendres %masse du brut	d ₁₀	d ₅₀	d ₉₀	%C	%H	%O	%N	SiO ₂ (% massique)	Al (ppm)	
Maïzena	11,6	87,0	0,1	8	18	36	43,3	7,8	48,8	<0,1	-	-	<1
Amidon de blé	11,2	86,5	<0,01	12	23	38	44,6	7,7	47,6	<0,1	0,008	3,5	<1
Lignine, alkali	9,9	60,0	20,0	52	102	187	69,7	7,3	22,9	0,1	0,03	53,0	-
Cellulose microcrist.	4,5	91,2	<0,01	6	23	52	44,2	6,7	49,0	<0,1	0,008	11,2	<1
Alpha cellulose	5,8	85,0	0,1	17	65	271	45,0	6,9	48,0	0,1	0,007	2,4	-
Poudre (P)	<2,0	76,0	6,1	4	20	71	48,1	6,3	45,1	0,5	2,93	201,3	<2
Chocolat	4,5	72,0	2,4	50	134	330	43,6	6,9	48,7	0,8	-	-	-

EXEMPLE 2 : Banc moteur

Le moteur au banc d'essai est un modèle diesel 4 temps monocylindre Hatz 1D80 à injection directe, de cylindrée 667 cm^3 et avec un taux de compression de 18. Ce moteur est équipé d'un frein électromagnétique à courant de Foucaud.

- 5 Il est équipé d'un capteur de pression cylindre (modèle Kistler 6125b) renvoyant un signal 0-10V sur une plage allant de 0 à 250 bars.

Un capteur de pression d'injection (Kistler 4067B2000) est monté sur la conduite d'alimentation de l'injecteur. Dans le cas présent, la pression d'injection ne constitue pas un paramètre prépondérant, elle est reportée dans le seul but d'indiquer la présence ou l'absence de gazole.

10

Un codeur angulaire (Kistler 2614A) est monté sur l'arbre du moteur. Il renvoie un top par tour, qui est positionné en correspondance du point mort haut (PMH) et un top par demi-degré vilebrequin, qui est utilisé pour cadencer l'acquisition.

- 15 Le logiciel LabView 2010 est utilisé pour l'acquisition des données. Les pressions et températures ainsi que le régime et le couple y sont enregistrées et affichées en fonction du point d'acquisition.

Les différents modes d'alimentation de la poudre au moteur ont été les suivants :

- 20
- en utilisant une trémie à dosage pondéral alimentant un débit fixe de poudre dans l'admission. Le modèle de trémie K-tron (KT20) a été utilisé lors des tests d'alimentation de poudre seule en continu.
 - en mode dual fuel soit : poudre dans l'admission + injection gazole,
 - par injection de mélange poudre lignocellulosique/gazole (suspension),

25 2.1. Alimentation en continu

Suite au montage de la trémie à dosage gravimétrique Modèle KTron KT20, nous avons pu alimenter le moteur par un débit continu de poudre selon l'invention à 4 kg/h environ, soit la quantité stoechiométrique pour une rotation du moteur à 1000 tours par minute.

Ces tests nous ont permis d'entraîner le moteur à la paille seule, et ce, pendant plusieurs centaines de cycles consécutifs, ce qui correspond à plusieurs minutes.

Les essais ayant conduit aux résultats les plus significatifs sont reportés ci-après.

Les profils de pression mesurés dans le cylindre du moteur au cours du cycle de fonctionnement engendré par la paille seule selon l'invention et le gazole sont comparés en Figure 4. Bien que la pression maximale atteinte en fonctionnement au gazole soit nettement supérieure à celle de la paille, toutes deux présentent un profil très différent. Un double pic de pression lié à la combustion de la paille selon l'invention est à noter, ainsi qu'une « traine » provoquée par la combustion du charbon résiduel.

La Figure 5 représente le dégagement de chaleur calculé sur la base des cycles de pression obtenus en l'absence de carburant, avec injection de gazole et avec alimentation par l'admission de poudre de paille uniquement. Le dégagement de chaleur reporte la quantité de chaleur émise par la combustion de la paille selon l'invention et du gazole, en joules/DV, et en fonction du temps. Afin de pouvoir situer les différentes phases de ce dégagement dans le cycle de rotation du moteur, ce temps est reporté en degré vilebrequin (DV). Ces données ont été obtenues au ralenti (790 tours/minute) et à faible charge (13 Nm) soit à une température moyenne de 150°C dans la chambre de combustion, avec du gazole en fonctionnement normal et de la poudre de paille selon l'invention (diamètre moyen et diamètre médian (d_{50}) de 20 microns) obtenue au broyeur à jet d'air tel que décrit dans l'exemple 1.

Tout d'abord, il se produit un dégagement de chaleur conséquent avec la paille selon l'invention comme combustible et celui-ci se prolonge jusqu'à l'ouverture de la soupape d'échappement (environ 125 DV). Ce dégagement important rend possible la récupération de l'énergie de la paille sous forme mécanique. La quantité totale d'énergie libérée est comparable à celle issue du dégagement de chaleur obtenu avec du gazole.

Le décalage dans le temps du dégagement de chaleur occasionné par la paille selon l'invention par rapport à celui du gazole peut s'expliquer comme suit: le temps

nécessaire à la combustion d'une particule solide est plus long que celui d'une gouttelette de liquide, fut elle de même taille. En effet, en plus de la phase d'évaporation qui donne naissance aux composés volatils, initiateurs de la combustion, un solide nécessite un temps de séchage (à cette échelle, le temps de transfert de chaleur de la surface vers l'intérieur de la particule peut être négligé).
5 L'étape de séchage est, en effet, un paramètre critique, qui ralentit considérablement l'initiation de la combustion.

De plus, le produit de la dévolatilisation de la particule de paille est du charbon, lequel brûle plus lentement (la diffusion de l'oxygène dans ses pores contrôle la combustion). Ceci explique le prolongement du dégagement de chaleur dans le
10 temps.

Le calcul du travail indiqué pour chacun de ces cycles de pression corrobore cette observation. Ce travail est obtenu par l'étude du diagramme de pression cylindre en fonction du volume, comme représenté en Figure 6.

15 Le calcul des aires de chacun des cycles prouve que le travail fourni par la poudre de paille selon l'invention est suffisant pour engendrer un entraînement du moteur. En effet, la combustion de la paille dégage 300 Joules contre 250 pour le gazole. Il est à noter que les Pouvoirs Calorifiques Inférieurs des mélanges stœchiométriques air/paille ou air/gazole sont très proches (respectivement 2.4 MJ/kg
20 et 2.7 MJ/kg).

2.2. En mode dual fuel

Lors de ces essais, la paille de blé utilisée ($d_{50}=20\mu\text{m}$) est obtenue au broyeur à boulets tel que décrit dans l'Exemple 1.

25 Au cours des tests, l'injection de gazole a été maintenue à un point de fonctionnement connu : 1250 tours/minute et 10 % de la charge maximale admissible (couple de 3.6Nm sur les 36Nm maximum). Pour ce point de fonctionnement précis, la consommation en gazole est d'environ 250 g/h. La poudre a été alimentée grâce à la trémie (cf § 2.2.) par la conduite d'admission. De cette manière, les variations de
30 régime ou de couple occasionnés n'étaient attribuables qu'à la poudre seule.

1- En régulation de couple, c'est-à-dire que le couple appliqué à l'arbre du moteur (par le système de freinage) est maintenu à 3.6 Nm. Toute forme d'énergie supplémentaire introduite dans le moteur entraîne une augmentation de régime.

5 Dès les premières secondes d'introduction de la poudre, le moteur accélère très rapidement pour atteindre 3000 puis 3200 tours/minute (2 essais). La vitesse maximale donnée par le constructeur pour le moteur utilisé étant dépassée, le test a été arrêté.

Conclusion : la vitesse de combustion de la poudre de paille ne limite pas le régime du moteur au moins jusqu'à 3200 tours/minute.

2- En régulation de vitesse, c'est-à-dire que la vitesse de rotation du moteur est limitée à la valeur de 1250 tours/minute. Toute forme d'énergie supplémentaire introduite dans le moteur oblige le système à freiner, en conséquence de quoi le couple augmente. Cette augmentation de charge peut être directement reliée au travail que peut fournir le moteur, et donc à l'effort qu'il peut soutenir.

Lors du test, le moteur monte à 34 Nm, soit plus de 90 % du couple maximum admis au gazole.

Conclusion : L'énergie dégagée par la combustion de la poudre de paille autorise un fonctionnement à des charges importantes. Ceci est primordial pour tout type d'application envisagée.

Il est à noter qu'avec les poudres selon l'invention, il est possible de substituer de manière extrêmement simple (envoi de poudre de paille par l'admission) une partie du gazole alimenté à un moteur diesel. Ceci sans modifier le moteur. Les problèmes relatifs à l'injection de poudre ou de mélange (suspension) sont écartés, et il est tout de même possible d'atteindre des performances tout à fait intéressantes, tout en limitant considérablement la consommation de gazole (qui reste à 250 g/h dans ce cas précis).

Exemple 3 : Test comparatif entre la poudre (P) et le chocolat en poudre

Un test comparatif a été mené avec le moteur décrit dans l'exemple 2. De la paille de blé broyée à 20 microns (poudre (P) selon l'invention) a été comparée à du

chocolat en poudre du commerce, dont la répartition granulométrique est similaire à celle utilisée dans la demande WO 01/98438 (cf. tableau 1).

Les conditions du test ont été les suivantes : le moteur est démarré au gazole, et stabilisé à 1000 tours/minute à charge nulle, la poudre est alimentée par la conduite
5 d'admission à un débit de 4 kg/h, et l'alimentation en gazole est coupée.

Lors du test avec la poudre de chocolat, le moteur s'est arrêté dès l'arrêt de l'injection de gazole. Le redémarrage a été difficile, alors même que quelques grammes au plus avaient été aspirés.

Immédiatement après redémarrage, et sans nettoyage du moteur, le test
10 consécutif a été mené avec de la poudre de paille selon l'invention (poudre (P)), dans les mêmes conditions. Lors de ce test, le moteur a poursuivi son fonctionnement, alimenté uniquement en poudre de paille et ce sur plusieurs minutes.

Sur la base de ces résultats, il apparaît clairement qu'un carburant sous forme de poudre dont la répartition granulométrique est similaire à celle utilisée dans la
15 demande WO 01/98438 ne fonctionne pas dans les conditions d'autoallumage, et par conséquent, ne peut constituer une solution adaptée à de nombreuses applications moteur.

Conclusion

Contrairement aux poudres dont la granulométrie et la composition sont
20 similaires à celle utilisée dans la demande WO 01/98438, les poudres carburant selon l'invention n'entrent pas en concurrence avec la filière alimentaire.

Par ailleurs, les poudres carburant selon l'invention sont aptes à l'utilisation dans tout type de moteur à combustion interne pour leur conversion en énergie, au contraire des poudres de chocolat utilisées dans la demande WO 01/98438.

REVENDICATIONS

1. Carburant solide, sous la forme d'une poudre, caractérisé en ce qu'il comprend au moins un constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre (P) dont :

- 5 - le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , bornes incluses, et
- le taux d'humidité des particules est inférieur ou égal à 5% en masse, encore plus préférentiellement inférieur ou égal à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

10

2. Carburant selon la revendication 1, caractérisé en ce que plus de 70% en masse, de préférence 80% en masse, plus préférentiellement 90% en masse de la poudre (P) est constitué de particules ayant un diamètre moyen et un diamètre médian compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , bornes incluses.

15

3. Carburant selon l'une des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre (P) produit, après combustion, au plus 10 % en masse de cendres, de préférence entre 0 et 10% en masse de cendres, plus préférentiellement entre 0 et 5% en masse, encore plus préférentiellement entre 0 et 1% en masse, bornes incluses, par rapport à la masse totale de la poudre (P).

20

4. Carburant selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) contient, après combustion, au plus 3% en masse d'alumine, plus préférentiellement entre 0 et 3% en masse, encore plus préférentiellement entre 0 et de 1% en masse, par rapport à la masse totale initiale de la poudre (P).

25

5. Carburant selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) contient, après combustion, au plus 3% en masse de silice, de préférence entre 0 et 3% en masse, plus

30

préférentiellement entre 0 et 1% en masse, par rapport à la masse totale initiale de la poudre (P).

- 5 6. Carburant selon l'une quelconque des revendications 1 à 5, caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique sous forme de poudre (P) émet, sous forme de volatiles, au moins 50 % en masse, de préférence entre 50 et 70 % en masse, plus préférentiellement entre 70 et 80 % en masse, encore plus préférentiellement entre 80 et 100 % en masse de volatiles, par rapport à la masse totale de la poudre (P).
- 10 7. Carburant selon l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique provient des herbacés, des algues, des microalgues, des pailles de céréales, du bois, du bois issu de culture à des fins énergétiques, du bois issu de déchets, des autres déchets d'origine agricole, des déchets de papeterie, des déchets d'emballage bois et carton.
- 15 8. Carburant selon l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce que le constituant lignocellulosique est issu de pailles de céréales, en particulier, de la paille de blé, de la paille d'orge, de la paille d'avoine, de la paille de seigle, de la paille de riz.
- 20 9. Procédé de préparation d'un constituant lignocellulosique sous forme d'une poudre (P) dont :
- le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , bornes incluses, et
 - 25 - le taux d'humidité des particules est inférieur ou égal à 5% en masse, encore plus préférentiellement inférieur ou égal à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre (P),
- caractérisé en ce qu'il comprend les étapes suivantes :
- (i) 30 une première étape de broyage de paille de céréales permettant d'obtenir une poudre (A) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont supérieurs à 0 et vont jusqu'à 3000 μm , de préférence entre 200 et 3000 μm , plus préférentiellement entre 200 et 2000 μm

- (ii) une deuxième étape de broyage de la poudre (A), permettant d'obtenir une poudre (B) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont inférieurs ou égaux à 150 μm , de préférence inférieurs ou égaux à 135 μm ;
- 5 (iii) une troisième étape de broyage de la poudre (B) issue de l'étape (ii) permettant d'obtenir une poudre (P) dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) des particules sont compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm ;
- 10 avec une étape de séchage mise en œuvre avant l'étape (iii), après l'étape (iii), ou avant et après l'étape (iii).
10. Procédé selon la revendication 9, caractérisé en ce qu'il satisfait à au moins l'une des conditions suivantes :
- 15 - le séchage avant et/ou après l'étape (iii), est réalisé à une température comprise entre 30 et 120°C, de préférence entre 50 et 100°C,
 - le séchage avant et/ou après l'étape (iii), est réalisé pendant de 2 à 72 heures, de préférence de 4 à 48 heures,
 - 20 - à l'issue du séchage avant l'étape (iii), la poudre (B) présente un taux d'humidité inférieur à 5% en masse, plus préférentiellement inférieur à 2% en masse d'eau, par rapport à la masse totale de la poudre,
 - la durée de la troisième étape de broyage (iii) est comprise entre 1 à 240 heures, de préférence entre 12 et 216 heures, et plus préférentiellement entre 48 et 216 heures,
 - 25 - la troisième étape de broyage (iii) est réalisée à une température inférieure ou égale à 25°C, de préférence entre -10 et 15°C,
 - la troisième étape de broyage (iii) est réalisée sous argon, azote et/ou CO_2 ,
 - préalablement à l'étape (ii), l'élimination de ces particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 200 μm sont éliminées de la poudre (A) par tamisage et/ou par un procédé de tri,

- préalablement à l'étape (iii), l'élimination des particules dont le diamètre moyen et le diamètre médian (d_{50}) sont inférieurs à 20 μm sont éventuellement éliminées de la poudre (B) par tamisage et/ou par un procédé de tri.
- 5 11. Utilisation d'un constituant lignocellulosique sous la forme d'une poudre (P) dont le diamètre moyen et le diamètre médian des particules sont compris entre 10 et 30 μm , plus préférentiellement entre 10 et 20 μm , bornes incluses, obtenu selon l'une des revendications 9 ou 10, pour la fabrication d'un carburant solide destiné à un moteur à combustion interne ou à un brûleur.
- 10
12. Procédé de production d'énergie caractérisé en ce qu'il comprend les étapes de :
- a) introduire le carburant solide, sous la forme d'une poudre, selon l'une quelconque des revendications 1 à 8, seul ou en mélange avec un gaz oxydant ou
 - 15 un combustible liquide pour former une suspension ;
 - b) faire passer ledit carburant ou ladite suspension suivant un flux contrôlé auprès d'une source de combustion, et
 - c) déclencher la combustion dudit carburant ou de ladite suspension et consumer le
 - 20 carburant solide, sous la forme d'une poudre, pour produire de l'énergie.

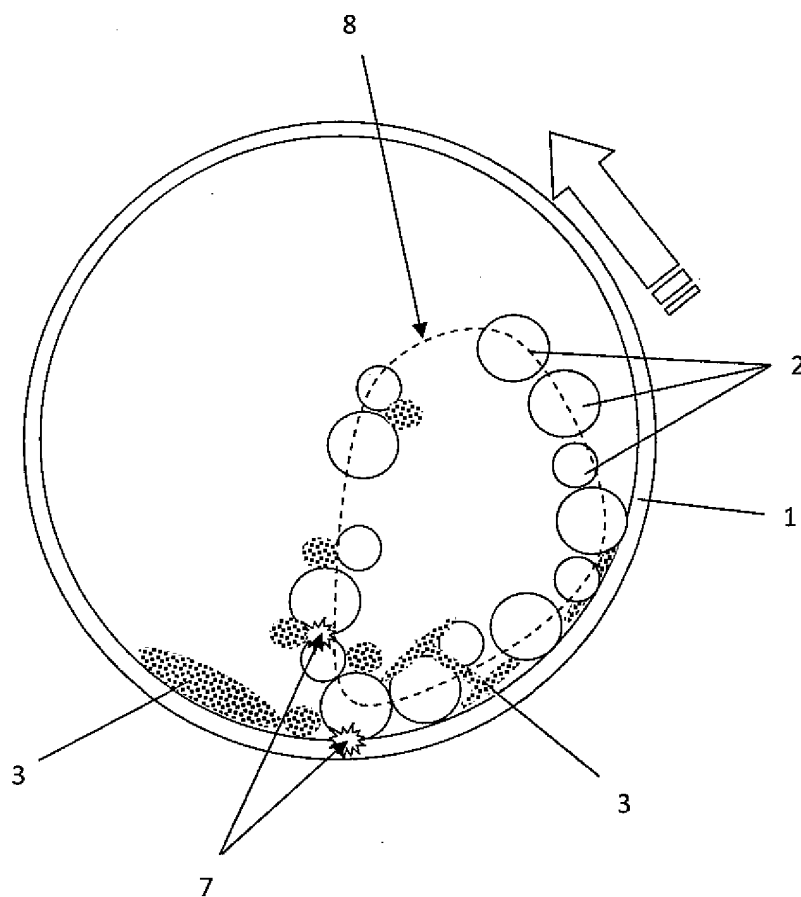


Figure 1

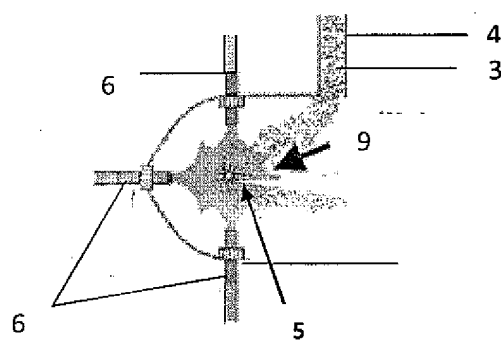


Figure 2

2/5

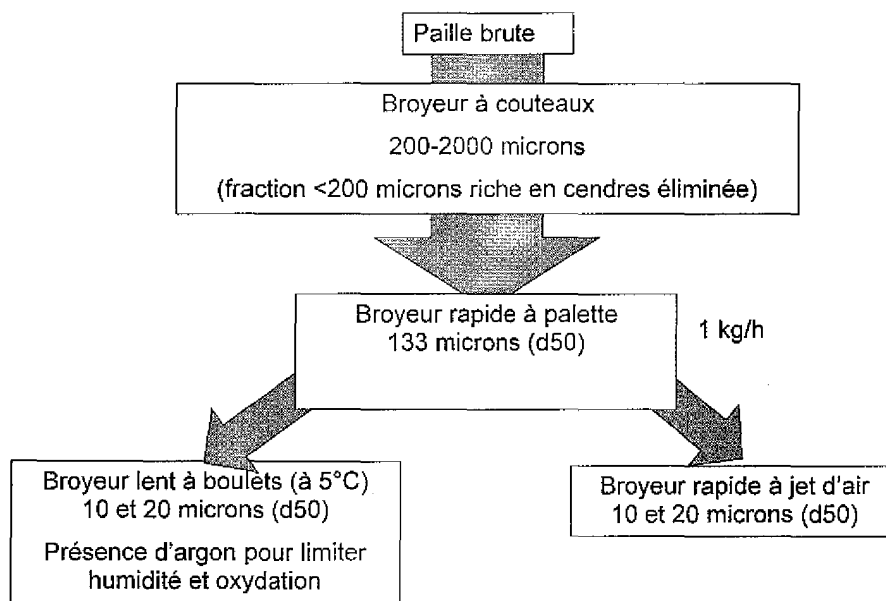


Figure 3

3/5

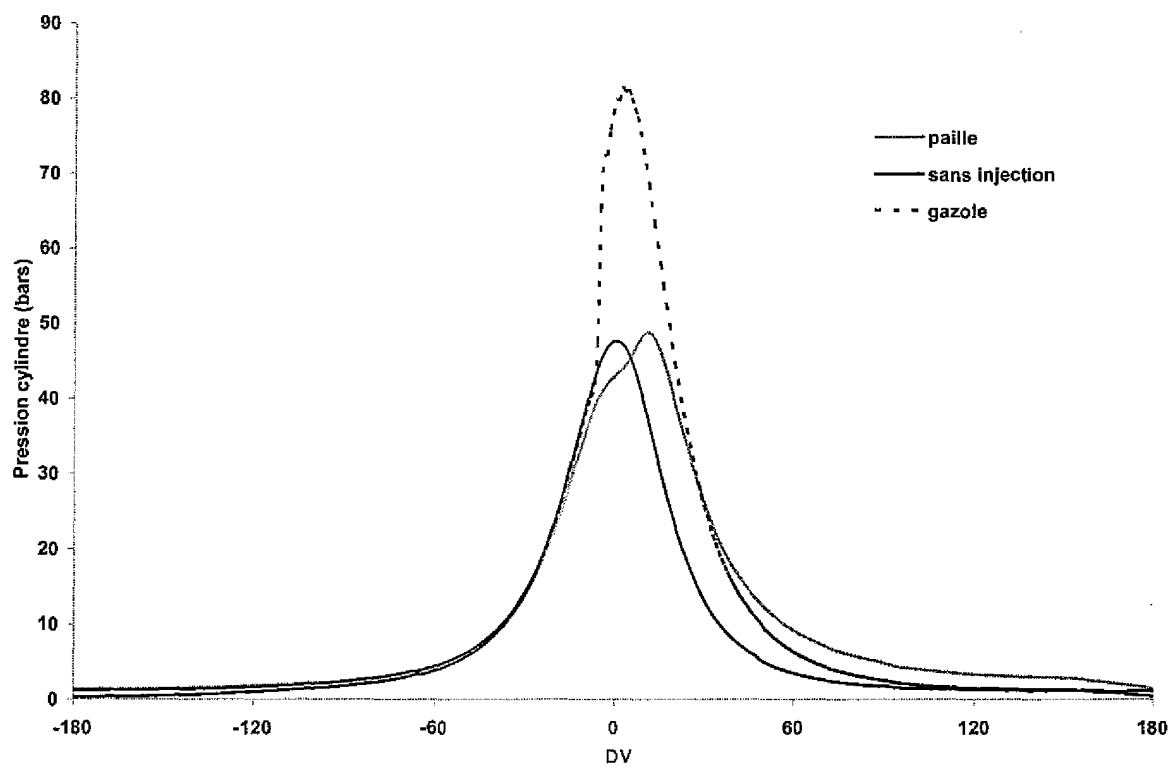


Figure 4

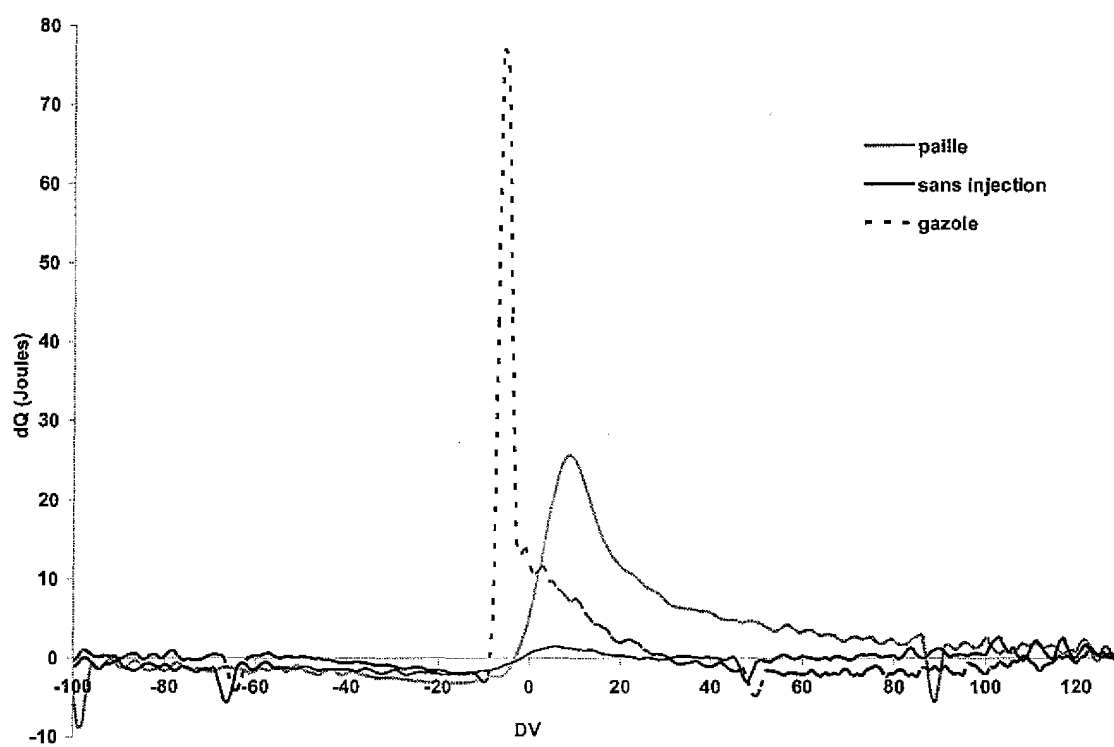


Figure 5

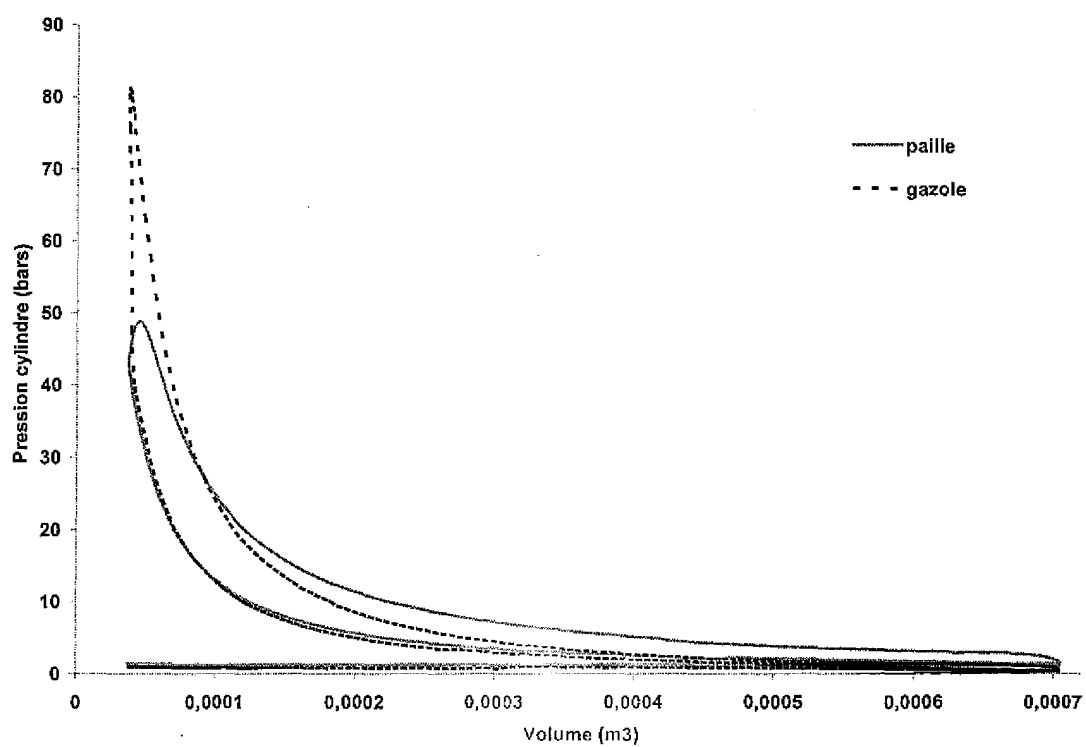


Figure 6

RAPPORT DE RECHERCHE

articles L.612-14, L.612-17 et R.612-53 à 69 du code de la propriété intellectuelle

OBJET DU RAPPORT DE RECHERCHE

L'I.N.P.I. annexe à chaque brevet un "RAPPORT DE RECHERCHE" citant les éléments de l'état de la technique qui peuvent être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention, au sens des articles L. 611-11 (nouveau) et L. 611-14 (activité inventive) du code de la propriété intellectuelle. Ce rapport porte sur les revendications du brevet qui définissent l'objet de l'invention et délimitent l'étendue de la protection.

Après délivrance, l'I.N.P.I. peut, à la requête de toute personne intéressée, formuler un "AVIS DOCUMENTAIRE" sur la base des documents cités dans ce rapport de recherche et de tout autre document que le requérant souhaite voir prendre en considération.

CONDITIONS D'ÉTABLISSEMENT DU PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

- ☒ Le demandeur a présenté des observations en réponse au rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Le demandeur a maintenu les revendications.
- ☒ Le demandeur a modifié les revendications.
- ☐ Le demandeur a modifié la description pour en éliminer les éléments qui n'étaient plus en concordance avec les nouvelles revendications.
- ☐ Les tiers ont présenté des observations après publication du rapport de recherche préliminaire.
- ☐ Un rapport de recherche préliminaire complémentaire a été établi.

DOCUMENTS CITÉS DANS LE PRÉSENT RAPPORT DE RECHERCHE

La répartition des documents entre les rubriques 1, 2 et 3 tient compte, le cas échéant, des revendications déposées en dernier lieu et/ou des observations présentées.

- ☒ Les documents énumérés à la rubrique 1 ci-après sont susceptibles d'être pris en considération pour apprécier la brevetabilité de l'invention.
- ☐ Les documents énumérés à la rubrique 2 ci-après illustrent l'arrière-plan technologique général.
- ☐ Les documents énumérés à la rubrique 3 ci-après ont été cités en cours de procédure, mais leur pertinence dépend de la validité des priorités revendiquées.
- ☐ Aucun document n'a été cité en cours de procédure.

1. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE SUSCEPTIBLES D'ETRE PRIS EN CONSIDERATION POUR APPRECIER LA BREVETABILITE DE L'INVENTION

GB 2 079 311 A (FISCHER KARL O P)
20 janvier 1982 (1982-01-20)

GABRIELA GHIZZI D SILVA ET AL: "Effects of grinding processes on enzymatic degradation of wheat straw", BIORESOURCE TECHNOLOGY, ELSEVIER BV, GB, vol. 103, no. 1, 16 septembre 2011 (2011-09-16), pages 192-200, XP028120862, ISSN: 0960-8524, DOI: 10.1016/J.BIORTECH.2011.09.073 [extrait le 2011-09-22]

2. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE ILLUSTRANT L'ARRIERE-PLAN TECHNOLOGIQUE GENERAL

NEANT

3. ELEMENTS DE L'ETAT DE LA TECHNIQUE DONT LA PERTINENCE DEPEND DE LA VALIDITE DES PRIORITES

NEANT